

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 10-017391

(43) Date of publication of application : 20.01.1998

(51)Int.Cl.

C30B 15/10

C03B 20/00

C30B 29/06

(21) Application number : 09-067778

(71)Applicant : **MITSUBISHI MATERIAL QUARTZ KK**

MITSUBISHI MATERIAL KK

TSL GROUP PLC

(22) Date of filing : 21.03.1997

(72)Inventor : TAKESHITA SHIN

WATANABE NOFUYA

TATENO NOBUYUKI

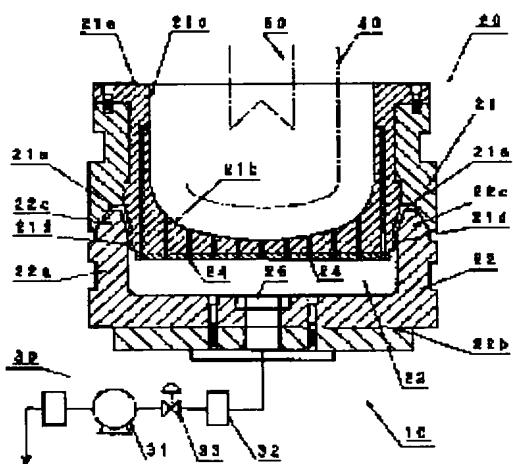
## JOHN ALEXANDER WINTERBURN

**(54) DEVICE FOR MANUFACTURING QUARTZ CRUCIBLE**

**(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide the device which enables a highly reliable reduced-pressure operation and mold exchange.

**SOLUTION:** In this device 10, a mold section consists of a mold 21 into which a quartz powder is to be charged and a mold holder 22 for supporting the mold 21 and also, the bottom of the mold 21 is engaged with the upper end of the mold holder 22 so as to be freely attachable and detachable. Accordingly, an airtight reduced-pressure chamber 23 is formed between the bottom of the mold 21 and the mold holder 22 and the mold 21 is evacuated to a reduced pressure through plural evacuation holes 24 which are formed in the mold 21 and communicated with the reduced-pressure chamber 23. Also, this mold 21 is exchangeable.



**\* NOTICES \***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## CLAIMS

### [Claim(s)]

[Claim 1]In a quartz crucible manufacturing installation which has a pivot means of a mold of hollow which can be rotated freely, and this mold, a decompressing means of this mold, and a heating method that is inserted inside this mold, and that can be taken, A mold portion is formed with a mold electrode holder which supports a mold in which quartz powder is inserted, and this mold, A pars basilaris ossis occipitalis of this mold fits into a mold electrode-holder upper bed, enabling free attachment and detachment, and an airtight decompression chamber is formed between a mold pars basilaris ossis occipitalis and a mold electrode holder by this, A quartz crucible manufacturing installation, wherein a mold is decompressed through two or more exhaust holes which lead to this decompression chamber established in a mold and a mold is exchangeable.

[Claim 2]The quartz crucible manufacturing installation according to claim 1 by which a fitting groove which a mold electrode-holder upper bed inserts in a pars-basilaris-ossis-occipitalis periphery of a mold is formed, and heights stuck to a mold electrode-holder upper inner circumference side are formed in an outer periphery part of this mold pars basilaris ossis occipitalis.

## DETAILED DESCRIPTION

### [Detailed Description of the Invention]

#### [0001]

[Field of the Invention]This invention relates to the manufacturing method of a quartz crucible suitable for manufacturing a quartz crucible with cellular small content by the side of inner skin, and cellular big content by the side of a peripheral face.

#### [0002]

[Description of the Prior Art]The rotation mold method is known as a manufacturing method of a quartz crucible used when manufacturing a silicon single crystal from polycrystalline silicon. This process fills up the mold of the hollow to rotate with the quartz powder object of a raw material along that inner skin, Rotating a mold, by carrying out heat melting of the quartz powder object, when the quartz packed bed fused by operation of the centrifugal force is pressed by mold inner skin and fabricated by the shape of a crucible, a quartz crucible is formed.

[0003]The quartz crucible manufactured by this method has a fault in which many air bubbles remain in the

inside of that wall. There is a problem to which the intensity of RUTSUPO will fall to if a wall (a peripheral wall and a bottom wall) has many air bubbles, and the quartz wafer which the air bubbles near RUTSUPO inner skin expanded thermally [ wafer ] at the time of heating of a crucible, <sup>made</sup> this inner skin exfoliate selectively, and exfoliated mixes in melted silicon, and the rate of single-crystal-izing falls.

[0004]Then, a crucible with little internal porosity is called for and the method of carrying out heat melting as the manufacturing method under decompression of the quartz powder object with which the mold was filled up is known (JP,59-34659,B). Since suction removal of the internal porosity of the quartz layer with which the mold was filled up is carried out at the time of melting according to this method, the quartz crucible by which air bubbles are hardly observed with the naked eye inside a wall is obtained. However, in this manufacturing method, it follows on heat melting of the quartz packed bed being carried out by the inside of a rotation mold at the time of manufacture, compared with quartz, it is markedly alike, air bubbles with small specific gravity move to the axis-of-rotation, i.e., inner skin of quartz packed bed, side gradually, and many minute air bubbles unobservable with the naked eye come to be unevenly distributed near the wall inner skin. This minute bubble expands with heating at the time of single crystal raising, and causes the same problem as the above-mentioned.

[0005]The hollow type (mold) which inserts in quartz powder is fixed to an outside cylinder part (enclosure) by one as a manufacturing installation by such a rotation mold method, the equipment configuration which formed the flueway between them is known --- \*\*\*\* (JP,1-160836,A etc.) --- with such a structure, since a mold cannot be removed, a maintenance takes time and effort. Since it is led to the center of a pars basilaris ossis occipitalis through a narrow flueway, the exhaust air effect becomes insufficient easily, and exhaust air of the mold upper part is not suitable for the decompression adjustment at the time of heat melting.

[0006]in addition, a flueway is formed in the inside of a mold wall, and the equipment configuration which connected the drum section and pars basilaris ossis occipitalis of the mold with one with the screw is also known --- \*\*\*\* (JP,1-157426,A). Since exhaust air of a mold drum section is led to the narrow flueway of a pars basilaris ossis occipitalis like [ this device ] the above-mentioned example of a device, the exhaust air effect is bad and is not suitable for what fully adjusts exhaust air. Since the screw stop of the portion of the insertion space of a quartz powder object is carried out, there is a fault from which a quartz powder object enters into a thread part, and tends to produce a seal leak, and it cannot exchange to the mold from which a caliber differs, without producing a level difference further in opening space (space which inserts in quartz powder).

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]In the manufacturing installation the manufacturing installation of this invention solves the above-mentioned problem in the conventional manufacturing installation, and according to the rotation mold method, The reliability of the decompression regulation at the time of heat melting aims at the cellular content of a crucible inner circumference side portion providing a manufacturing installation suitable for manufacture of quartz crucibles substantially fewer than an external peripheral side part highly therefore.

[0008]Namely, in the quartz crucible manufacturing installation which has a pivot means of the mold of the hollow which this invention can (1) rotate, and this mold, a decompressing means of this mold, and a heating method that is inserted inside this mold, and that can be taken, The mold portion is formed with the mold

electrode holder which supports the mold in which quartz powder is inserted, and this mold.

The pars basilaris ossis occipitalis of this mold fits into a mold electrode-holder upper bed, enabling free attachment and detachment, and an airtight decompression chamber is formed between a mold pars basilaris ossis occipitalis and a mold electrode holder by this, A mold is decompressed through two or more exhaust holes which lead to this decompression chamber established in the mold, and it is related with a quartz crucible manufacturing installation, wherein a mold is exchangeable.

The fitting groove which a mold electrode-holder upper bed inserts in the pars-basilaris-ossis-occipitalis periphery of (2) molds is formed, and the manufacturing installation of this invention contains the quartz crucible manufacturing installation by which the heights stuck to a mold electrode-holder upper inner circumference side are formed in the outer periphery part of this mold pars basilaris ossis occipitalis.

[0009]

[Embodiment of the Invention]An example of the manufacturing installation concerning this invention is shown in a figure. The outline sectional view of the manufacturing installation which drawing 1 requires for this invention, the explanatory view showing the state where drawing 2 separated the device of drawing 1, and drawing 3 are the explanatory views showing the state of taking out the done quartz crucible from this device.

[0010](I) The manufacturing installation 10 of this invention has a pivot means (graphic display abbreviation) turning around the mold formed parts 20 which can be rotated freely, and these mold formed parts 20, and the decompressing means 30 linked to these mold formed parts 20 so that an equipment configuration graphic display may be carried out. The mold formed parts 20 are formed from the mold holder 22 which supports the mold 21 in which a quartz powder object is inserted, and this mold 21. The mold 21 and the mold holder 22 are all hollow, and have the tubed peripheral walls 21a and 22a and the partes basilaris ossis occipitalis 21b and 22b. This mold pars basilaris ossis occipitalis 21b fits into the upper bed of the mold electrode holder 22, enabling free attachment and detachment, and, thereby, the airtight decompression chamber 23 is formed between the mold pars basilaris ossis occipitalis 21b and the mold electrode-holder pars basilaris ossis occipitalis 22b.

[0011]Namely, the pars-basilaris-ossis-occipitalis periphery of the mold 21 fits into the upper bed 22c of the mold electrode holder 22 airtightly so that it may illustrate, The mold 21 and the mold electrode holder 22 fit into a two-step pile by this, and an airtight decompression chamber is formed between a mold pars basilaris ossis occipitalis and a mold electrode holder, and. As shown in drawing 2, it is formed so that the mold formed parts 20 can be divided and can remove the mold 21 from the mold electrode holder 22 up and down.

[0012]In the example of an equipment configuration to illustrate, the fitting groove 21e which the upper bed 22c of the mold electrode holder 22 inserts in the lower end (pars basilaris ossis occipitalis) periphery of the mold 21 is formed, Furthermore, the heights 21d stuck to the inner skin of the mold electrode-holder upper bed 22c are formed in this outer periphery part of a mold pars basilaris ossis occipitalis, The mold electrode-holder upper bed 22c is inserted in the fitting groove 21e of a mold pars-basilaris-ossis-occipitalis periphery, and it is formed so that the heights 21d of a mold pars-basilaris-ossis-occipitalis periphery may stick to mold electrode-holder inner skin and may raise the airtightness of the decompression chamber 23 further.

[0013] Two or more exhaust holes 24 are drilled in the above-mentioned mold 21 by the inner skin and bottom so that it may illustrate.

This exhaust hole 24 is open for free passage to the above-mentioned decompression chamber 23 from the inner skin 21c of the peripheral wall 21a of the mold 21, and it is formed so that suction exhaust air may be respectively carried out through the decompression chamber 23.

The vent 25 which is well-informed about the reduced pressure control 30 is formed in the pars basilaris ossis occipitalis 22b of the mold holder 22, and the pipe line containing the vacuum pump 31, the filter 32, and the electro-magnetic valve 33 is provided in the reduced pressure control 30.

[0014] Rotate to one by a pivot means (graphic display abbreviation), and the above-mentioned mold formed parts 20 which consist of the mold 21 and the mold holder 22. The heating method 50 which consists of the core 40 which can be taken freely up and down, an electrode which performs arc discharge, etc. and which can be moved up and down is allocated above the mold 21. These cores 40 and the electrode 50 may use a means to be able to use the conventional thing, and to replace with a core, and to pour a scraper and quartz powder into mold inner skin.

[0015] (II) In the manufacturing installation of this invention which consists of an equipment configuration beyond an operation, insert the core 40 in the center of the inside of the mold 21, and supply the quartz powder object of a raw material between the mold 21 and the core 40, rotating the mold 21. A quartz powder object is pushed against mold inner skin by operation of the centrifugal force of the rotating mold 21, is deposited along this inner skin, and forms a quartz packed bed. Next, the core 40 is pulled up, the heating method 50 of an arc electrode etc. is inserted, and heat melting of the quartz packed bed is carried out from the inner skin side. Covering of thin melting thru/or half-melting is first formed in the inner skin of a quartz packed bed by this heating. On the other hand, the mold 21 is decompressed with this heating and the suction exhaust air of the gas inside a quartz packed bed is carried out through the exhaust hole 24. A quartz packed bed is gradually fused with advance of heating to near the outside surface which touches a mold internal surface from the inner skin.

[0016] The above-mentioned pressure reduction operation is suspended in the middle of this heat melting, and a quartz packed bed is heated from that inner skin after a decompression stop. The air bubbles inside a crucible wall can be drawn near to an external peripheral side part by the above-mentioned pressure reduction operation, and while, as for the external peripheral side part, air bubbles had remained by the stop of this decompression, it fuses. On the other hand, although, as for an inner skin side portion, a minute bubble remains slightly, since comparatively big air bubbles can be drawn near to an external peripheral side part and do not exist in an inner circumference side portion, they are fused in the state with few air bubbles. As a result, a crucible with cellular larger content of a crucible external peripheral side part than an inner circumference side portion is obtained. The cellular content of an inner part changes with sizes of decompression power, and cellular content is so small that decompression power is large. About decompression stop time, when performing heat melting for  $t$  minutes, it is good to suspend above-mentioned suction exhaust air from a heating start to a back  $-0.9t$  quota by  $0.2t$ . If decompression is stopped before  $0.2t$ , the hyaline layer of sufficient thickness will not be formed. Since a melting layer will be absorbed by the exhaust hole and heights will arise in a peripheral face on the other hand if decompression is continued for a long time than  $0.9t$ , it is not desirable.

[0017]As it leaves the stratum disjunctum of a thin non-molten state to the outside surface of a quartz packed bed, the above-mentioned heating is ended and it is shown in drawing 2, after it removes the mold 21 from the mold electrode holder 22 and a quartz layer carries out cooling solidification, the quartz crucible 60 is taken out from the mold 21. Since the peripheral surface of the quartz crucible 60 is an opaque half-melting layer, the non-fused-quartz powder 60a intervenes between a quartz crucible peripheral face and mold inner skin at this time and the quartz crucible 60 has not stuck to mold inner skin, Like drawing 3, the quartz crucible 60 can be easily taken out by leaning the mold 21.

[0018]

[Effect of the Invention]Since the manufacturing installation of this invention can separate a mold and a mold electrode holder, it can exchange and use a mold. As already stated, since the mold is formed in an outside cylinder part and one, most conventional manufacturing installations remove, and it is impossible and does not have such an advantage. Although the example which connected the mold by the screw stop and formed it is known in part, Since screw connection of the portion of not the structure using an electrode holder but the drum section of a mold, i.e., the insertion space of a quartz powder object, is carried out, when a mold is separated, the space of the opening part will be divided, therefore there is a problem from which a quartz powder object enters into a thread part, and tends to produce a seal leak. On the other hand, since the pars basilaris ossis occipitalis of a mold fits into a mold electrode-holder upper bed, the device of this invention will be in the state of a two-step pile and the insertion space of a quartz powder object is maintained as it is, problems, like a quartz powder object enters into a joining segment are not produced.

[0019]Since the mold pars basilaris ossis occipitalis has fitted into an electrode holder, enabling free attachment and detachment, even if it is a mold from which the caliber of the opening in which quartz powder is inserted differs, if the caliber of the mold pars basilaris ossis occipitalis is made consistent with the mold electrode holder, the manufacturing installation of this invention is compatible and can be exchanged easily. The thing of the structure which carried out the screw stop of the conventional mold, Since it is not the structure using an electrode holder as stated previously, if a mold is separated, the space of the opening part will be divided, if the drum section from which the caliber of an opening differs is connected, a level difference will be produced in inner skin, it will become things, and exchange of such a mold cannot be performed on parenchyma. In the manufacturing installation which has reduced pressure control, exchange of the portion connected to this reduced pressure control is complicated, and the practical advantage which can be used without exchanging the mold electrode holder to which reduced pressure control is connected like this invention device is large.

[0020]In the example of an equipment configuration which this invention illustrates, establish a fitting groove in the pars-basilaris-ossis-occipitalis periphery of a mold, and insert in an electrode-holder upper bed, and. Since the heights close to electrode-holder upper bed inner circumference are provided in the mold pars-basilaris-ossis-occipitalis periphery, as a result of being heated from the hollow-sections side of a mold at the time of the heat melting of a quartz powder object, the seal of the above-mentioned portion becomes much more certain by the thermal expansion of a mold.

[0021]In the manufacturing installation of this invention, since the exhaust hole of a mold is respectively open for free passage to a decompression chamber and is evacuated through this decompression chamber, also when the exhaust air effect is good and carries out a decompression stop, it excels in a response and

reliable pressure reduction operation can be performed. Therefore, it is suitable for operating a reduced pressure state at the time of heating of a quartz powder body whorl, and the cellular content of an inner circumference portion manufacturing quartz crucibles fewer than an external peripheral side part. When taking out a quartz crucible, since a decompression chamber is canceled, the exhaust hole of a mold touches the atmosphere and the atmosphere invades between a quartz crucible and mold inner skin through this exhaust hole by removing a mold from a mold holder, extraction of a quartz crucible is easy.

[0022]A crucible with cellular content of an inner circumference portion small [ the quartz crucible obtained by the manufacturing installation of this invention ] and cellular big content of a peripheral part is obtained. since the minute bubble of an inner circumference portion is absorbed by the peripheral part with cellular big content and the thermal expansion of the air bubbles of an inner circumference portion is controlled also by heating at the time of use, this quartz crucible does not have a possibility of producing partial exfoliation of crucible inner skin, and the rate of single-crystal-izing is markedly easy to boil it.

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1]The outline sectional view of the manufacturing installation concerning this invention.

[Drawing 2]The section explanatory view showing the state where the device of drawing 1 was separated.

[Drawing 3]The section explanatory view showing the state where a quartz crucible takes out.

[Description of Notations]

10: A quartz crucible manufacturing installation, 20:mold formed parts, 21:mold, a 21a:peripheral wall, a 21b:pars basilaris ossis occipitalis, 21c:inner skin, 21d:heights, 21e : fitting groove

22: A mold electrode holder, a 22a:peripheral wall, a 22b:pars basilaris ossis occipitalis, 23:decompression chamber, 24:exhaust hole, 25 : vent

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-17391

(43) 公開日 平成10年(1998)1月20日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号 庁内整理番号  
502

F I  
C 3 0 B 15/10  
C 0 3 B 20/00  
C 3 0 B 29/06

## 技術表示箇所

審査請求 有 請求項の数 2 OL (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平9-67778  
(62)分割の表示 特願昭63-204778の分割  
(22)出願日 昭和63年(1988)8月19日

(71)出願人 592176044  
三菱マテリアルクオーツ株式会社  
東京都千代田区丸の内1丁目5番1号

(71)出願人 000006264  
三菱マテリアル株式会社  
東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(71)出願人 597038297  
ティーエスエル・グループ・ビーエルシー  
イギリス国、タイン・アンド・ウェア、  
エヌイー28・6ディージィー、ウォールズ  
エンド

(74)代理人 弁理士 千葉 博史

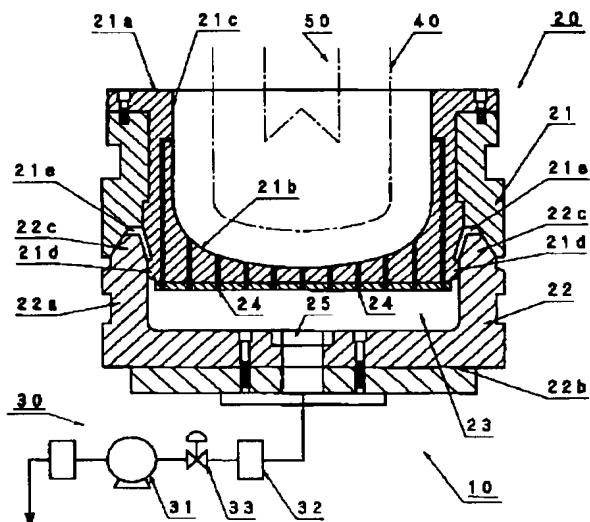
最終頁に統ぐ

(54) 【発明の名称】 石英ルツボ製造装置

(57) 【要約】

【課題】 減圧操作の信頼性が高く、モールドの交換が可能な石英ルツボ製造装置の提供。

【解決手段】石英粉が装入されるモールドと該モールドを支持するモールドホルダーによってモールド部分が形成されており、該モールドの底部がモールドホルダー上端に着脱自在に嵌合され、これによりモールド底部とモールドホルダーの間に気密な減圧室が形成され、モールドに設けた該減圧室に通じる複数の排気孔を通じてモールドが減圧されると共にモールドが交換可能であることを特徴とする石英ルツボ製造装置。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】回転自在な中空のモールド、該モールドの回転手段、該モールドの減圧手段、該モールドの内側に挿入される出し入れ自在な加熱手段を有する石英ルツボ製造装置において、石英粉が装入されるモールドと該モールドを支持するモールドホルダーによってモールド部分が形成されており、該モールドの底部がモールドホルダー上端に着脱自在に嵌合され、これによりモールド底部とモールドホルダーの間に気密な減圧室が形成され、モールドに設けた該減圧室に通じる複数の排気孔を通じてモールドが減圧されると共にモールドが交換可能であることを特徴とする石英ルツボ製造装置。

【請求項2】モールドの底部外周にモールドホルダー上端が挿入する嵌合溝が形成されていると共に、該モールド底部の外周縁部にモールドホルダー上部内周面に密着する凸部が形成されている請求項1に記載の石英ルツボ製造装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、内周面側の気泡含有率が小さく、外周面側の気泡含有率が大きな石英ルツボを製造するのに適した石英ルツボの製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】多結晶シリコンからシリコン単結晶を製造する際に用いられる石英ルツボの製造方法として回転モールド法が知られている。この製法は、回転する中空のモールドに原料の石英粉体をその内周面に沿って充填し、モールドを回転しながら石英粉体を加熱溶融することにより遠心力の作用により溶融した石英充填層がモールド内周面に押圧されてルツボの形状に成形されることにより石英ルツボが形成される。

【0003】この方法によって製造される石英ルツボは、その壁体内部に気泡が多数残留する欠点がある。壁体(周壁及び底壁)に気泡が多いとルツボの強度が低下し、またルツボの加熱時にルツボ内周面付近の気泡が熱膨張して該内周面を部分的に剥離させ、剥離した石英小片が溶融シリコンに混入して単結晶化率が低下する問題がある。

【0004】そこで、内部気泡の少ないルツボが求められ、その製造法として、モールドに充填した石英粉体を減圧下で加熱溶融する方法が知られている(特公昭59-34659号)。この方法によると、モールドに充填した石英層の内部気泡が溶融時に吸引除去されるので、肉眼では壁体内部に気泡が殆ど観察されない石英ルツボが得られる。しかし、この製造方法においては、製造時に、回転モールドの内側で石英充填層が加熱溶融されるのに伴い、石英に比べて格段に比重の小さい気泡が次第に回転軸側つまり石英充填層の内周面側に移動し、肉眼では観察出来ない微小な気泡が壁体内周面近傍に多数偏在する

ようになる。この微小気泡は単結晶引き上げ時の加熱により膨張して前述と同様の問題を引き起こす。

【0005】また、このような回転モールド法による製造装置として、石英粉を装入する中空型(モールド)が外側の筒部(囲い)に一体に固定され、その間に排気通路を形成した装置構成が知られている(特開平1-160836号等)が、このような構造ではモールドを取り外すことができないためにメンテナンスに手間がかかる。また、モールド上部の排気は狭い排気通路を通じて底部中央まで導かれるために排気効果が不十分になり易く、加熱溶融時の減圧調整に適さない。

【0006】この他に、モールド壁体内部に排気通路を形成し、モールドの胴部と底部をネジにより一体に連結した装置構成も知られている(特開平1-157426号)が、この装置も上記装置例と同様にモールド胴部の排気が底部の狭い排気通路に導かれるために排気効果が悪く、排気の調整を十分に行うものには適さない。また、石英粉体の装入空間の部分がネジ止めされているために、石英粉体がネジ部分に入り込んでシール漏れを生じ易い欠点があり、さらに開口空間(石英粉を装入する空間)に段差を生じることなく口径の異なるモールドに取り替えることはできない。

## 【0007】

【発明の解決課題】本発明の製造装置は、従来の製造装置における上記問題を解決したものであって、回転モールド法による製造装置において、加熱溶融時の減圧調節の信頼性が高く、従って、ルツボ内周側部分の気泡含有量が外周側部分よりも大幅に少ない石英ルツボの製造に適した製造装置を提供することを目的とする。

【0008】即ち、本発明は、(1)回転自在な中空のモールド、該モールドの回転手段、該モールドの減圧手段、該モールドの内側に挿入される出し入れ自在な加熱手段を有する石英ルツボ製造装置において、石英粉が装入されるモールドと該モールドを支持するモールドホルダーによってモールド部分が形成されており、該モールドの底部がモールドホルダー上端に着脱自在に嵌合され、これによりモールド底部とモールドホルダーの間に気密な減圧室が形成され、モールドに設けた該減圧室に通じる複数の排気孔を通じてモールドが減圧されると共にモールドが交換可能であることを特徴とする石英ルツボ製造装置に関するものである。本発明の製造装置は、(2)モールドの底部外周にモールドホルダー上端が挿入する嵌合溝が形成されていると共に、該モールド底部の外周縁部にモールドホルダー上部内周面に密着する凸部が形成されている石英ルツボ製造装置を含む。

## 【0009】

【発明の実施態様】本発明に係る製造装置の一例を図に示す。図1は本発明に係る製造装置の概略断面図、図2は図1の装置を分離した状態を示す説明図、図3は出来上がった石英ルツボを該装置から取り出す状態を示す説

明図である。

**【0010】(I)装置構成**

図示するように、本発明の製造装置10は、回転自在なモールド形成部分20と該モールド形成部分20を回転する回転手段(図示省略)と、該モールド形成部分20に接続する減圧手段30とを有する。モールド形成部分20は石英粉体が装入されるモールド21と該モールド21を支持するモールドホルダ22とから形成される。モールド21およびモールドホルダ22は何れも中空であり、筒状の周壁21a, 22aと底部21b, 22bとを有している。このモールド底部21bはモールドホルダー22の上端に着脱自在に嵌合され、これによりモールド底部21bとモールドホルダー底部22bの間に気密な減圧室23が形成されている。

**【0011】**すなわち、図示するように、モールド21の底部外周がモールドホルダー22の上端22cに気密に嵌合され、これによりモールド21とモールドホルダー22とが二段重ねに嵌合されてモールド底部とモールドホルダーの間に気密な減圧室が形成されると共に、図2に示すように、モールド形成部分20が上下に分割可能であってモールド21をモールドホルダー22から取り外せるように形成されている。

**【0012】**さらに、図示する装置構成例では、モールド21の下端(底部)外周にモールドホルダー22の上端22cが挿入する嵌合溝21eが設けられており、さらにモールド底部の該外周縁部にはモールドホルダー上端22cの内周面に密着する凸部21dが形成されており、モールドホルダー上端22cがモールド底部外周の嵌合溝21eに嵌め込まれると共にモールド底部外周の凸部21dがモールドホルダー内周面に密着して減圧室23の気密を一層高めるように形成されている。

**【0013】**上記モールド21には、図示するように、その内周面および底面に複数本の排気孔24が穿設されており、該排気孔24はモールド21の周壁21aの内周面21cから上記減圧室23に連通しており、おのおの減圧室23を通じて吸引排気されるように形成されている。さらに、モールドホルダ22の底部22bには減圧機構30に通じる通気孔25が設けられており、減圧機構30には真空ポンプ31、フィルタ32および電磁バルブ33を含む配管系が設けられている。

**【0014】**モールド21およびモールドホルダ22からなる上記モールド形成部分20は回転手段(図示省略)によって一体に回転されると共に、モールド21の上方には上下に出し入れ自在な中子40と、アーク放電を行なう電極などからなる上下動自在な加熱手段50が配設されている。なお、これら中子40および電極50は従来のものを用いることができ、また中子に代えてスクレーパや石英粉をモールド内周面に注入する手段を用いても良い。

**【0015】(II)作用**

以上の装置構成からなる本発明の製造装置において、モールド21の内側中央に中子40を挿入し、モールド21を回

転しながらモールド21と中子40の間に原料の石英粉体を供給する。石英粉体は回転するモールド21の遠心力の作用によりモールド内周面に押しつけられ、該内周面に沿って堆積し石英充填層を形成する。次に中子40を引き上げ、アーク電極などの加熱手段50を挿入し、石英充填層をその内周面側から加熱溶融する。該加熱により先ず石英充填層の内周面に薄い溶融ないし半溶融の被覆が形成される。一方、この加熱に伴いモールド21を減圧し、排気孔24を通じて石英充填層内部のガスを吸引排気する。

10 加熱の進行に伴い、石英充填層はその内周面からモールド内表面に接する外表面付近まで次第に溶融する。

**【0016】**この加熱溶融の途中で上記減圧操作を停止し、減圧停止後、更に石英充填層をその内周面から加熱する。上記減圧操作によりルツボ壁体内部の気泡は外周側部分に引き寄せられており、該減圧の停止により外周側部分は気泡が残留したまま溶融する。一方、内周面側部分は微小気泡が僅かに残留するものの比較的大きな気泡は外周側部分に引き寄せられて内周側部分には存在しないため気泡の少ない状態で溶融する。この結果、ルツボ外周側部分の気泡含有率が内周側部分より大きいルツボが得られる。なお、減圧力の大きさにより内側部分の気泡含有率が異なり、減圧力が大きいほど気泡含有率が小さい。減圧停止時間については、加熱溶融を  $t$  分間行なう場合、加熱開始から  $0.2t$  分後～ $0.9t$  分前に上記吸引排気を停止するのが良い。 $0.2t$  分より前に減圧を停止すると十分な層厚の透明層が形成されない。一方、 $0.9t$  分より長く減圧を継続すると排気孔に溶融層が吸込まれて外周面に凸部が生じるので好ましくない。

**【0017】**石英充填層の外表面に薄い未溶融状態の剥離層を残して上記加熱を終了し、図2に示すように、モールド21をモールドホルダー22から取り外し、石英層が冷却固化した後、モールド21から石英ルツボ60を取り出す。この時、石英ルツボ60の外周表面は不透明な半溶融層であり、石英ルツボ外周面とモールド内周面の間には未溶融石英粉60aが介在しており、石英ルツボ60はモールド内周面に張り付いていないので、図3のように、モールド21を傾けることにより容易に石英ルツボ60を取り出すことができる。

**【0018】**

**【発明の効果】**本発明の製造装置は、モールドとモールドホルダーとを分離できるので、モールドを取替えて使用できる。既に述べたように、従来の製造装置の大部分はモールドが外側の筒部と一体に形成されているために取り外し不能であり、このような利点を有しない。また一部に、モールドをネジ止めにより連結して形成した例が知られているが、ホルダーを用いる構造ではなく、モールドの胴部、すなわち石英粉体の装入空間の部分がネジ連結されたためにモールドを分離すると開口部分の空間が分割されることになり、従って、石英粉体がネジ部分に入り込みシール漏れを生じ易い問題がある。一方、

本発明の装置は、モールドの底部がモールドホルダー上端に嵌合して2段重ねの状態になり、石英粉体の装入空間はそのまま保たれるので、連結部分に石英粉体が入り込む等の問題を生じない。

【0019】さらに、本発明の製造装置は、モールド底部がホルダーに着脱自在に嵌合しているので、石英粉が装入される開口部の口径が異なるモールドであっても、モールド底部の口径をモールドホルダーに合わせておけば互換性があり、容易に取り替えることができる。なお、従来のモールドをネジ止めした構造のものは、先に述べたように、ホルダーを用いた構造ではないので、モールドを分離すると開口部分の空間が分割され、開口部の口径の異なる胴部を連結すると内周面に段差を生じことになり、このようなモールドの交換は実質上できない。減圧機構を有する製造装置においては、該減圧機構に接続されている部分の交換が煩雑であり、本発明装置のように減圧機構が接続されているモールドホルダーを交換せずに使用できる実用上の利点は大きい。

【0020】また、本発明の図示する装置構成例では、モールドの底部外周に嵌合溝を設けてホルダー上端を嵌め込むと共に、更にモールド底部外周にホルダー上端内周に密接する凸部を設けているので、石英粉体の加熱溶融時にはモールドの中空部分側から加熱される結果、モールドの熱膨張によって上記部分のシールが一層確実になる。

【0021】さらに、本発明の製造装置では、モールドの排気孔が各々減圧室に連通し、該減圧室を通じて減圧\*

\*排気されるので排気効果が良く、減圧停止する際にも応答性に優れ信頼性の高い減圧操作ができる。従って、石英粉体層の加熱時に減圧状態を操作して内周部分の気泡含有量が外周側部分よりも少ない石英ルツボを製造するのに適する。また、石英ルツボを取り出す場合に、モールドをモールドホルダから外すことにより減圧室が解消されてモールドの排気孔が大気に接し、該排気孔を通じて石英ルツボとモールド内周面との間に大気が侵入するので石英ルツボの取り出しが容易である。

10 【0022】本発明の製造装置によって得られる石英ルツボは、内周部分の気泡含有率が小さく、外周部分の気泡含有率の大きなルツボが得られる。この石英ルツボは、使用時の加熱によっても、内周部分の微小気泡が気泡含有率の大きな外周部分に吸収されて内周部分の気泡の熱膨張が抑制されるので、ルツボ内周面の部分的な剥離を生じる虞がなく、単結晶化率が格段に良い。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る製造装置の概略断面図。

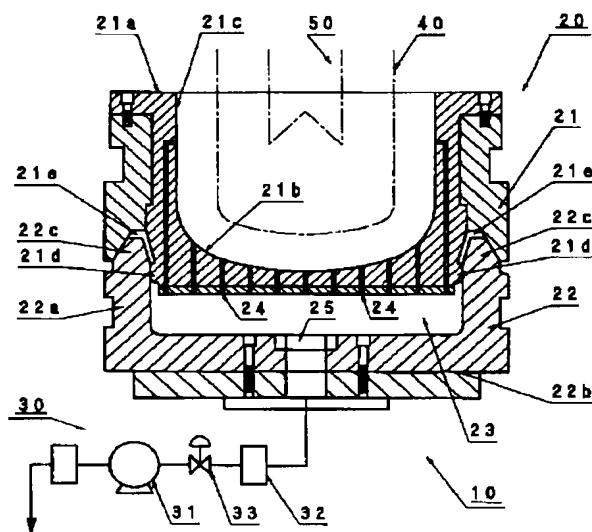
【図2】図1の装置を分離した状態を示す断面説明図。

20 【図3】石英ルツボの取り出す状態を示す断面説明図。

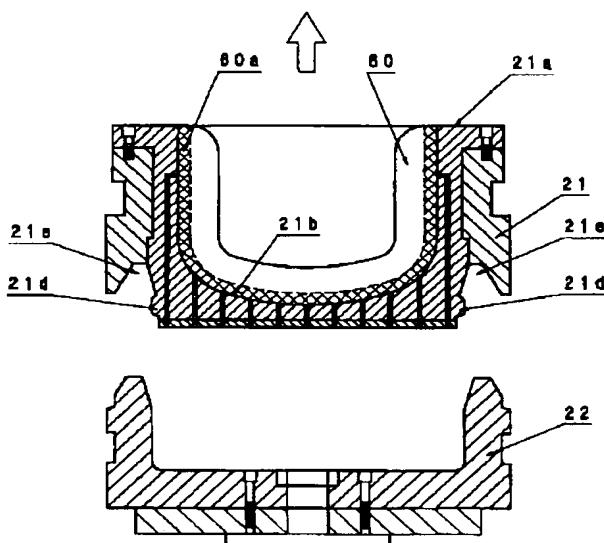
【符号の説明】

10 : 石英ルツボ製造装置、20 : モールド形成部分、  
21 : モールド、21a : 周壁、21b : 底部、21c : 内周面、  
21d : 凸部、21e : 嵌合溝  
22 : モールドホルダー、22a : 周壁、22b : 底部、  
23 : 減圧室、24 : 排気孔、25 : 通気孔

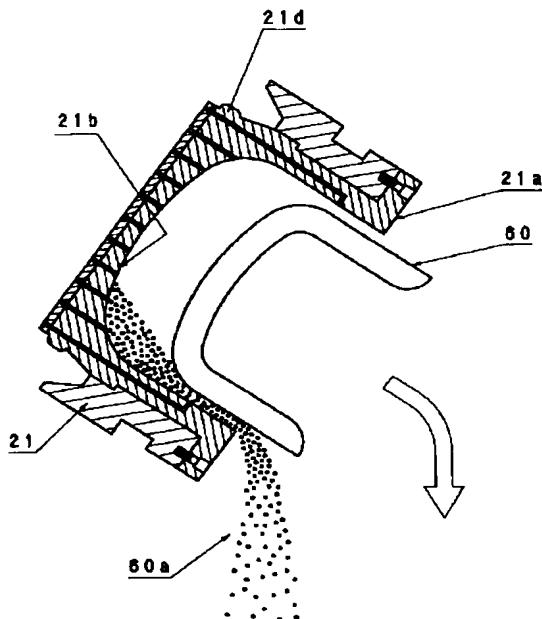
【図1】



【図2】



【図3】



## フロントページの続き

(72)発明者 武下 臣

秋田県秋田市茨島5-14-3 日本高純度  
石英株式会社秋田工場内

(72)発明者 渡辺 乃扶也

秋田県秋田市茨島3-1-18 三菱金属株  
式会社秋田製錬所内

(72)発明者 立野 信之

秋田県秋田市茨島5-14-3 日本高純度  
石英株式会社秋田工場内

(72)発明者 ジョン・アレキサンダー・ウインター・バン

イギリス国、ノース・シールズ、エヌイー  
30・30ピーイー、タインマウス、エラスマ  
ー・ガーデンズ 7